

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**



日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日

Date of Application:

2001年11月29日

出 願 番 号

Application Number:

特願2001-363504

[ST.10/C]:

[JP2001-363504]

出 願 人

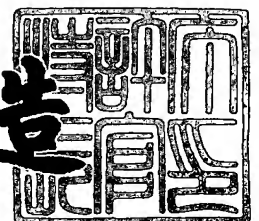
Applicant(s):

日本板硝子株式会社

2002年 1月25日

特 許 庁 長 官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

及 川 耕 造



出証番号 出証特2002-3000662

【書類名】 特許願  
【整理番号】 01P348  
【あて先】 特許庁長官 殿  
【国際特許分類】 G11B 5/84  
C03C 15/00

【発明者】

【住所又は居所】 大阪府大阪市中央区北浜四丁目 7 番 2 8 号 日本板硝子  
株式会社内

【氏名】 斉藤 靖弘

【発明者】

【住所又は居所】 大阪府大阪市中央区北浜四丁目 7 番 2 8 号 日本板硝子  
株式会社内

【氏名】 池田 浩司

【発明者】

【住所又は居所】 大阪府大阪市中央区北浜四丁目 7 番 2 8 号 日本板硝子  
株式会社内

【氏名】 三谷 一石

【発明者】

【住所又は居所】 大阪府大阪市中央区北浜四丁目 7 番 2 8 号 日本板硝子  
株式会社内

【氏名】 倉知 淳史

【発明者】

【住所又は居所】 大阪府大阪市中央区北浜四丁目 7 番 2 8 号 日本板硝子  
株式会社内

【氏名】 奥畑 浩治

【特許出願人】

【識別番号】 000004008

【氏名又は名称】 日本板硝子株式会社

【代表者】 出原 洋三

【代理人】

【識別番号】 100069084

【弁理士】

【氏名又は名称】 大野 精市

【先の出願に基づく優先権主張】

【出願番号】 特願2000-383216

【出願日】 平成12年12月18日

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 012298

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9706787

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 磁気記録媒体用ガラス基板の製造方法およびそれを用いて得られる磁気記録媒体用ガラス基板

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

円形状に成形加工されガラス板の主表面に表面凹凸を形成して磁気記録媒体用ガラス基板を製造する方法において、前記表面凹凸を、前記ガラス板の主表面に永久歪みを有する加工痕を円周方向に付与し、その後前記ガラス板の主表面全体を化学的にエッチングすることにより形成することを特徴とする磁気記録媒体用ガラス基板の製造方法。

【請求項 2】

前記表面凹凸を、加工痕を付与した部分と加工痕を付与しない部分との化学的エッチング深さの差に基づいて形成することを特徴とする請求項 1 に記載の磁気記録媒体用ガラス基板の製造方法。

【請求項 3】

前記加工痕を、前記ガラス板の主表面にスラリーを含む処理液を供給しながら処理テープを円周方向に擦ることによって形成することを特徴とする請求項 1 または 2 に記載の磁気記録媒体用ガラス基板の製造方法。

【請求項 4】

前記化学的エッチングを弗化水素酸または／および珪弗化水素酸を含むエッチング液で行うことを特徴とする請求項 1 ～ 3 のいずれかに記載の磁気記録媒体用ガラス基板の製造方法。

【請求項 5】

請求項 1 ～ 4 のいずれかに記載の磁気記録媒体用ガラス基板の製造方法において、前記凹凸を形成する処理を行った後、前記ガラス基板中の一部のイオンがそれより大きなイオン半径を有する溶融塩に含まれるイオンに交換される化学強化処理を施すことを特徴とする磁気記録媒体用ガラス基板の製造方法。

【請求項 6】

請求項 5 に記載の磁気記録媒体用ガラス基板の製造方法において、前記化学強

化処理を行った後、酸性水溶液とアルカリ性水溶液による洗浄を順次施すことを特徴とする磁気記録媒体用ガラス基板の製造方法。

【請求項 7】

請求項 1～6 のいずれかに記載の磁気記録媒体用ガラス基板の製造方法により製造された磁気記録媒体用ガラス基板であって、前記ガラス基板の主表面の凹凸が、AFMで測定したRa値が0.5～1.0nmであり、前記凹凸の最大高さから最小高さを差し引いた値であるRmax値が3.0nm以上である磁気記録媒体用ガラス基板。

【請求項 8】

前記Rmaxの値が15nm以下である請求項 7 に記載の磁気記録媒体用ガラス基板。

【請求項 9】

請求項 1～6 のいずれかに記載の磁気記録媒体用ガラス基板の製造方法により製造された磁気記録媒体用ガラス基板であって、前記ガラス基板の主表面の凹凸が、AFMで測定したRa値が0.2～0.5nmであり、前記凹凸の最大高さから最小高さを差し引いた値であるRmax値が2.0nm以上である磁気記録媒体用ガラス基板。

【請求項 10】

前記ガラス基板の主表面に形成された凹凸は円周方向に線状に形成され、その半径方向の線密度がAFMで測定して5000～40000本/mmであることを特徴とする請求項 7～9 のいずれかに記載の磁気記録媒体用ガラス基板。

【請求項 11】

請求項 7～10 のいずれかに記載の磁気記録媒体用ガラス基板の主表面に、磁性膜を含む磁気記録膜が被覆された磁気記録媒体。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、磁気記録媒体用ガラス基板およびその製造方法、さらにそれを用いて得られる磁気記録媒体に関する。さらに詳述すれば、磁気ヘッド浮上量が小さ

くでき、高速回転で長時間の使用によっても磁気記録情報の消失あるいは減衰がない信頼性の高い磁気記録媒体を得ることができるガラス基板とその製造方法に関する。

#### 【0002】

##### 【従来の技術】

近年、情報デジタル化の進展は目覚しく、その情報を保持するための装置が各種開発されている。これらの装置の改良進歩はまさに日進月歩であり、情報記憶容量および記録再生速度が年率数十%の割合で向上している。特に、現在最も広く使用されている情報記録装置が磁気ディスクであり、その改良の技術進歩は他の記録装置以上に早い。

#### 【0003】

このような状況の中、磁気ディスクには、より高記録密度に対応できる磁気記録媒体が求められており、これに対応するように磁気記録媒体を担持する基板にも高い平坦性、平滑性、そして剛性が求められるようになってきた。そのため、最近では、従来主流であったアルミニウム基板から研削、研磨が容易なガラス基板になりつつある。

#### 【0004】

アルミニウム基板は、通常、アルミニウム基板／ニッケル層／リン層の積層構成で用いられ、リン層の表面上には研削などのメカニカルな手法によって同心円状の異方性のテクスチャー（方向性をもった表面凹凸）が形成される。このような異方性テクスチャー上に形成された磁性膜は、異方性のある膜応力に起因して生じる円周方向へのC軸配向が実現される、いわゆる配向媒体である。このような基板は、特開平6-231442号公報に開示されている。

#### 【0005】

一方、ガラス製の基板を用いる磁気記録媒体としては、これまで異方性のテクスチャーが形成されていないいわゆる等方性の表面凹凸（ここではアットランダムに形成された表面凹凸を有する場合も等方性の表面凹凸という）を有する磁気記録媒体が実用に供されてきた。しかしながら、等方性の表面凹凸を有する記録媒体では、高記録密度化すると記録媒体に一旦書き込んだ信号が失われたり、そ

れが急速に減衰するために、信頼性の高い磁気記録ができなくなることがあることが明らかとなってきた。

## 【 0 0 0 6 】

特開昭 6 3 - 1 6 0 0 1 0 号公報には、平滑なガラス基板表面に円周方向にテクスチャーを機械的な方法あるいは化学的なエッチング方法で形成した磁気記録媒体用のガラス基板が開示されている。しかしこの方法で得られる基板を用いた磁気記録媒体は、微細な表面凹凸が得られず、高密度記録を可能とするために磁気ヘッドを低グライドハイトで走査することは困難であるという問題点があった。そこで、最近ではガラスに対する研磨力の高い酸化セリウムをダイヤモンドスラリーと混合する方法（特開 2 0 0 0 - 1 0 1 6 5 6 号）が提供されている。また、水酸化カリウム水溶液や水酸化ナトリウム水溶液等の水酸基を有する溶液を含有するスラリーを用いることにより、機械的な加工力に化学的な作用を付与するなどの技術が提案されている。（特開 2 0 0 0 - 3 0 1 4 4 1 号、特開 2 0 0 1 - 9 6 9 4 号）

## 【 0 0 0 7 】

## 【発明が解決しようとする課題】

ニッケル層とリン層の積層膜に機械的に付与した表面凹凸（メカニカルテクスチャー）は、その形成過程において異物やゴミが発生しやすく、磁気記録媒体製造時の歩留まりが低下するうえ、コストアップにもつながるという課題があった。そこで、ガラス基板の表面に直接、異方性のテクスチャーを形成したものをを用いるという提案が上記の従来技術で開示されているが、アルミニウム基板に比べて表面硬度の高いガラス板の場合、微細なテクスチャー形状を満たすことは困難であるという課題があった。また、ガラスに対する研磨力の高い酸化セリウムを用いる場合や、水酸基を有する溶液を含有するスラリーを用いる場合には、微細なテクスチャーを形成できるが、その形状が非常に微細であるため薬品で洗浄すると容易に形状が変化するという課題があった。そのため、テクスチャーの溝に挟まったダイヤモンドなどの砥粒を除去する際に薬品の使用が著しく制限されていた。とくに、多成分系ガラスの洗浄に高い効果を示す酸性の水溶液はテクスチャー形状を著しく変化させるために使用することができず、その結果、上記のテ

クスチャー処理を行った基板では、しばしばスラリーに含まれる砥粒が残留するという課題があった。本発明は、このような課題を解決することを目的とし、磁気ヘッドをより低グライドハイトで書き込み、かつ読み出しをすることができる磁気記録媒体用ガラス基板とその製造方法を提供することを目的とする。

## 【 0 0 0 8 】

## 【課題を解決するための手段】

請求項 1 は、上記の課題を解決するためになされたものであって、円形状に成形加工されガラス板の主表面に表面凹凸を形成して磁気記録媒体用ガラス基板を製造する方法において、前記表面凹凸を、前記ガラス板の主表面に永久歪みを有する加工痕を円周方向に付与し、その後前記ガラス板の主表面全体を化学的にエッチングすることにより形成することを特徴とする磁気記録媒体用ガラス基板の製造方法である。

## 【 0 0 0 9 】

ここで加工痕とは、機械的な応力によって物理的な形状変化を伴わずあるいは伴って、ガラスの表面および表面近傍のガラス内部に永久歪みが残留した部位をいう。通常、硬度の高いガラス基板にメカニカルな方法で直接テクスチャー加工（表面加工）を行うことは困難であるが、永久歪みは比較的容易に形成することが可能である。

## 【 0 0 1 0 】

請求項 2 の磁気記録媒体用ガラス基板の製造方法は、請求項 1 において、表面凹凸を、加工痕を付与した部分と加工痕を付与しない部分との化学的エッチング深さの差に基づいて形成することを特徴とする。すなわち、本発明の表面凹凸の形成方法は、永久歪みが生じた部分のガラスは、酸やアルカリに対して永久歪みが生じない部分と異なることに基づいている。すなわち永久歪みが生じた部分の耐酸性（酸性溶液による化学エッチングのされにくさ）が永久歪みが生じていない部分よりも大きいことに基づいている。また永久歪みが生じた部分の耐アルカリ性（アルカリ性溶液による化学エッチングのされにくさ）が永久歪みが生じていない部分よりも大きいということに基づいている。

## 【 0 0 1 1 】

上記の本発明者により発見した実験事実に基づいて、円周方向に永久圧縮歪みを有する加工痕をガラス表面およびその近傍に付与し、その後ガラス表面全体を化学的にエッチングすると、たとえば酸あるいはアルカリの液によりエッチングすると、永久歪みを有する加工痕の部分は、永久歪みがないあるいは永久歪み量がより小さい部分よりもガラスの深さ方向でエッチングスピードが遅いため凸形状に残り、磁気記録媒体として有用な円周方向に方向性を有する表面凹凸（テクスチャー）を形成することができるのである。

#### 【0012】

円形状のガラス板の円周方向に加工痕を付与するには、回転するガラス板の表面にガラスよりも硬い材質の微粒子を担持した基体、フィルムを押圧することにより行うことができる。また、基体あるいはフィルムを押し圧状態にしながら、回転するガラス板の基体あるいはフィルムとの間に硬質の微粒子を供給することにより行うことができる。

#### 【0013】

請求項3の磁気記録媒体用ガラス基板の製造方法は、請求項1または2において、加工痕をガラス板の主表面にスラリーを含む処理液を供給しながら処理テープを円周方向に擦ることによって形成することを特徴とする。

#### 【0014】

ここで円周方向に加工痕を形成する方法は、ガラス板表面にスラリーを含む処理液と処理テープで円周方向に擦ることによって形成する方法が適している。たとえば処理液をガラス板表面に供給しながら、処理テープをガラス板表面に押しあて、処理液中に懸濁している微粒子をガラス板表面に押し当てる方法がよい。この方法によれば、制御よく円周方向に加工痕を形成させることができる。

#### 【0015】

用いる処理テープの材質は特に限定されず、公知のものを使用することができる。たとえば、ポリエステル、セルロース、ナイロンなどの樹脂テープが例示できる。また、スラリーは、水などの液体に研磨剤を懸濁させたものを用いることができる。研磨剤の種類は、要求されるテクスチャーの仕様から適宜選定される。要求されるテクスチャー形状に合わせて選定することができるが、通常、研磨

剤のサイズが小さいほど、微細な形状のテクスチャーを得ることができる。

【 0 0 1 6 】

請求項 4 の磁気記録媒体用ガラス基板の製造方法は、請求項 1 ～ 3 のいずれかにおいて、化学エッチングを弗化水素酸または珪弗化水素酸あるいはこれらを混合したものを含むエッチング液で行うことを特徴とする。

【 0 0 1 7 】

加工痕の形成後に行う化学的エッチングは、テクスチャーの形状を適切に制御できるエッチング液を用いるのが好ましい。そのようなものとして、弗化水素酸または珪弗化水素酸を含むエッチング液が、永久歪みを有する部分と永久歪みを有さない部分とでエッチング速度差を十分に得るとともに、エッチング量の制御が容易に行えるという点で好ましい。アルカリ性溶液についても本発明のエッチング液として用いることができる。

【 0 0 1 8 】

請求項 5 に記載の磁気記録媒体用ガラス基板の製造方法は、請求項 1 ～ 4 のいずれかに記載の磁気記録媒体用ガラス基板の製造方法において、前記凹凸を形成する処理を行った後、前記ガラス基板中の一部のイオンがそれより大きなイオン半径を有する溶融塩に含まれるイオンに交換される化学強化処理を施すことを特徴とする。

【 0 0 1 9 】

化学強化処理後の洗浄は、磁気記録媒体用ガラス基板に要求される清浄度を満たすための最終洗浄工程に位置づけられ、高度に管理されたクリーンルーム内で行われる。それに対して、前記凹凸処理にはスラリーを使用する必要があるため、クリーンルーム内で行うことができなかった。そのため化学強化処理後に凹凸処理を行う場合、クリーンルーム内に別のブースを設けるなど行程が複雑になる。

【 0 0 2 0 】

請求項 5 によれば、凹凸処理後に化学強化処理を行うので、製造工程が簡略化し、製造コストを削減することができる。

【 0 0 2 1 】

請求項 6 に記載の磁気記録媒体用ガラス基板の製造方法は、請求項 5 において

、前記化学強化処理を行った後、酸性水溶液とアルカリ性水溶液による洗浄を順次施すことを特徴とする。

#### 【 0 0 2 2 】

このように化学強化処理の後に酸洗浄およびアルカリ洗浄を施すこととしたのは、化学強化処理によって変化したテクスチャー（凹凸）形状を整えるためである。すなわち、円周方向に形成した加工痕は化学強化時の熱によって緩和、膨張し、テクスチャーの尾根の高さが必要以上に高くなることがある。他方、ガラスを酸とアルカリによって順次洗浄を施せば、ガラス成分の一部が酸によって選択溶解し、シリカを主成分とする骨格層が残る。

#### 【 0 0 2 3 】

この骨格層は、ポーラスな状態になっているためにアルカリにより穏やかなエッチングが起こる。そこで、化学強化処理後に酸洗浄とアルカリ洗浄を施すことにより、必要以上に高くなったテクスチャーの尾根の形状を整えることができる。なお、化学強化処理後は永久歪みの緩和が進行しているため、前述のような顕著なエッチングのスピード差は発生しない。そのため、テクスチャーがさらに成長することはない。また、永久歪みが完全に緩和しているわけではないので、機械的な方法だけで形成したテクスチャーのように、エッチングで消失することもない。そのため、大きな形状変化を伴うことなく化学強化処理を行うことができる。また、酸とアルカリの洗浄は、化学強化処理の行程で付着した強化塩や鉄などの不純物を除去する働きをも有している。

#### 【 0 0 2 4 】

請求項 7 の磁気記録媒体用ガラス基板は、請求項 1 ～ 6 のいずれかの磁気記録媒体用ガラス基板の製造方法により製造されたガラス基板であって、前記ガラス基板の表面の凹凸が、AFMで測定した  $R_a$  値が  $0.5 \sim 1.0 \text{ nm}$  であり、かつ前記凹凸の最大高さから最小高さを差し引いた値である  $R_{max}$  値が  $3.0 \text{ nm}$  以上であることを特徴とする。

#### 【 0 0 2 5 】

$R_a$  が  $0.5 \text{ nm}$  未満であると、磁気ヘッドと磁気記録媒体との接触面積が大きくなって、両者が粘着しやすくなり、回転トラブルが生じる確率が増加するの

で好ましくない。また  $R_a$  が  $1.0\text{ nm}$  を越えると磁気ヘッドと磁気記録媒体との接触面積が小さくなりすぎ、わずかな高さの異常突起が存在した場合でも、その突起は磁気ヘッドとの衝突により削れ、ヘッドクラッシュやヘッドコロージョンが発生しやすくなるので好ましくない。また、 $R_{max}$  は、磁気ヘッドの磁気記録媒体表面での吸着を防止するために  $3.0\text{ nm}$  以上とするのが好ましい。

## 【 0 0 2 6 】

請求項 8 の磁気記録媒体用ガラス基板は、請求項 7 において、 $R_{max}$  が  $15\text{ nm}$  以下であることを特徴とする。 $R_{max}$  が  $15\text{ nm}$  を越えるとヘッドクラッシュを生じる確率が一層増加するので、この値を超えないようにするのが好ましい。

## 【 0 0 2 7 】

請求項 9 に記載の磁気記録媒体用ガラス基板は、請求項 1 ～ 6 のいずれかに記載の磁気記録媒体用ガラス基板の製造方法により製造された磁気記録媒体用ガラス基板であって、前記ガラス基板の主表面の凹凸が、AFM で測定した  $R_a$  値が  $0.2 \sim 0.5\text{ nm}$  であり、前記凹凸の最大高さから最小高さを差し引いた値である  $R_{max}$  値が  $2.0\text{ nm}$  以上であることを特徴とする。また、 $R_{max}$  が  $15\text{ nm}$  を越えるとヘッドクラッシュを生じる確率が一層増加するので、この値を超えないようにするのが好ましい。

## 【 0 0 2 8 】

請求項 9 によれば、ランプロード方式などヘッドの高さが低い記録方式を採用したハードディスクドライブにも適用可能な基板とすることができる。

## 【 0 0 2 9 】

請求項 10 に記載の磁気記録媒体用ガラス基板は、請求項 7 ～ 9 のいずれかににおいて、前記ガラス基板の主表面に形成された凹凸が円周方向に線状に形成され、その半径方向の線密度が AFM で測定して  $5000 \sim 40000$  本/mmであることを特徴とする。

## 【 0 0 3 0 】

請求項 11 に記載の磁気記録媒体は、請求項 7 ～ 10 のいずれかに記載の磁気記録媒体用ガラス基板の表面に、磁性膜を含む磁気記録膜が被覆されたことを特

徴とする。

【0031】

請求項11に記載の磁気記録媒体によれば、円周方向に表面凹凸を有するガラス基板上に磁気記録膜が被覆されているので、磁性膜の保持力は、円周方向により磁気異方性を有する。すなわち、半径方向の保持力に対する円周方向の保持力を1.00以上にすることができる。

【0032】

【発明の実施の形態】

以下、本発明の実施形態および実施例を詳細に説明する。ただし、本発明は以下の実施例に限定されるものではない。本発明に用いるガラス組成は、とくに限定されるものではなく、例えば二酸化ケイ素とアルカリ金属酸化物とアルカリ土類金属酸化物とを主成分とするソーダライムシリカガラス、二酸化ケイ素と酸化アルミニウムとアルカリ金属酸化物とを主成分とするアルミノシリケートガラス、二酸化ケイ素とボロン酸化物とを主成分とするボロシリケートガラスのほか、酸化リチウムと二酸化珪素を主成分とする $\text{Li}_2\text{O}-\text{SiO}_2$ 系ガラスや、酸化リチウムと二酸化珪素と酸化アルミニウムとを主成分とする $\text{Li}_2\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ 系ガラス、アルカリ土類金属酸化物と酸化アルミニウムと二酸化珪素とを主成分とする $\text{RO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ 系ガラス（ただし、ROは酸化マグネシウム $\text{MgO}$ 、酸化カルシウム $\text{CaO}$ 、酸化ストロンチウム $\text{SrO}$ 、酸化バリウム $\text{BaO}$ 、酸化亜鉛 $\text{ZnO}$ 、酸化ニッケル $\text{NiO}$ 、酸化マンガン $\text{MnO}$ 等）等の結晶化ガラスが挙げられる。ガラス成分のうち酸化アルミニウム、アルカリ金属酸化物およびアルカリ土類金属酸化物は、酸性水溶液中で溶解し易い成分であり、これらの成分を適当に含むものは、化学的エッチングが比較的容易に行うことができるので、磁気記録媒体用ガラス基板に要求されるテクスチャーを形成する点で好ましい。そのようなガラス組成として下記のアミノシリケート系ガラス（モル%）が挙げられる。

【0033】

$\text{SiO}_2$ : 55~70%、

$\text{Al}_2\text{O}_3$ : 1~13%、

$\text{Li}_2\text{O}$  : 5 ~ 20 %、

$\text{Na}_2\text{O}$  : 0 ~ 14 %、

$\text{K}_2\text{O}$  : 0 ~ 3 %、

$\text{MgO}$  : 0 ~ 8 %、

$\text{CaO}$  : 0 ~ 10 %、

$\text{SrO}$  : 0 ~ 6 %、

$\text{BaO}$  : 0 ~ 2 %、

$\text{TiO}_2$  : 0 ~ 8 %

$\text{ZrO}_2$  : 0 ~ 4 %

#### 【 0 0 3 4 】

本発明においては、磁気記録媒体用ガラス基板に要求される平坦性を確保するため、表面凹凸（テクスチャー）の形成工程に先立ち、通常、ガラス板は粗研磨（研削研磨）によりガラス板の厚みが所定寸法に調整され、その後その表面が鏡面研磨される。鏡面研磨をするための研磨剤は特に限定されず、酸化セリウム、マンガン酸化物、ジルコニア酸化物などが挙げられる。研磨剤は微粒子からなる。研磨剤のサイズは、特に限定されないが、平坦性と研磨速度を両立させるために、通常  $0.01 \sim 3 \mu\text{m}$  程度の研磨剤が使用される。また、研磨方法も特に限定されないが、人工皮革スエードパッドを上定盤および下定盤に貼り付けた両面研磨機を用いれば、低コストで両面を精密に鏡面研磨することができる。研磨材のサイズや研磨速度などの条件を最適化することによって、予めがらす主表面の平滑性を高めておけば、テクスチャー処理後にも  $R_a$  値が小さく、より微細なテクスチャーを形成することができる。

#### 【 0 0 3 5 】

鏡面研磨したガラス板は、洗浄工程を経た後、円周方向に加工痕が形成される。本発明の加工痕の形成方法としては、スラリーを含む処理液と処理テープで基板表面を擦る方法が適している。処理テープでガラス基板表面を擦る方法として、図1に示すようにドーナツ円盤状に加工されたガラス基板を一定速度で回転させながら、一定の加圧力でテープを押し付けることにより行うことができる。ガラス板の回転数は特に限定されないが、通常  $5 \sim 1000 \text{ rpm}$  程度に調整す

る。また、処理テープの加圧力も特に限定されない。加圧力を小さくすると微細な形状のテクスチャーを得ることができ、大きくすると高速で処理することができる。要求されるテクスチャーの形状に応じて適宜選定することができる。通常、 $20 \sim 500 \text{ g/cm}^2$ 程度の加圧が生産効率よく加工痕を形成できるので好ましい。また、処理テープは $10 \sim 10,000 \text{ mm/秒}$ の速さで送るのがよい。

#### 【0036】

本発明にかかるスラリーの種類は特に限定されず、ダイヤモンド結晶のほか、酸化セリウム、マンガン酸化物、ジルコニア酸化物、チタニア酸化物、二酸化珪素などの遊離砥粒を水などの媒体に分散して用いることができる。また、研磨剤のサイズも特に限定されないが、一般的に微細な研磨剤を用いるほど、より精密なテクスチャーの制御が可能となる。砥粒のサイズをあまり小さくすると、加工痕を効率的に形成することができなくなるため、通常 $0.05 \sim 3 \mu\text{m}$ 程度の研磨剤が好適に使用される。用いるスラリーには、必要に応じて分散剤や潤滑剤、防かび剤を添加することも可能である。スラリーを供給しながら加工痕を形成した後、スラリーを除去するために純水や市販の中性もしくはアルカリ系の洗剤を供給しながらテープ処理を施しても良い。さらに、その後、超音波洗浄やシャワー洗浄などの方法で洗浄するのが好ましい。

#### 【0037】

以上のようにして円周方向に加工痕が形成されたガラス板は、化学的な方法によってエッチングされる。エッチング液の種類は特に限定されないが、弗化水素酸や珪弗化水素酸、あるいはこれらの両者を含む液は、加工痕が形成された部分と形成されない部分とのエッチングレート（エッチング速度）の差が大きく、かつ制御性よくエッチングできるので好ましい。

#### 【0038】

加工痕が形成された部分のエッチングレートが加工痕が形成されていない部分と異なる理由は、以下のように推定される。本発明の方法で形成した加工痕は物理的な形状を伴うことが多く、加工圧によって永久圧縮歪みが形成されている。このような圧縮歪みが形成された部分は、形成されない部分に比較して、化学的

にエッチングされにくい（ガラスの深さ方向でエッチングレートが小さい）状態になると考えられる。また、上記のエッチングレートの差は、弗化水素酸、珪弗化水素酸のように酸性のエッチング液でとくに顕著である。この理由は、明らかではないが、ガラスを構成する成分のうち、アルカリ金属酸化物、アルカリ土類金属酸化物などの耐酸性の弱い成分は、通常酸性の溶液中で容易に溶出し、エッチングを促進するのに対し、圧縮された部位においてはこのような溶出が起これにくくなったためと推定される。

## 【 0 0 3 9 】

図 3 は、ガラス板の表面からエッチングが開始され、エッチングにより表面凹凸が形成されて磁気記録媒体用ガラス基板となる表面凹凸の形成過程を模式的に示した説明図である。図 3（a）は表面が鏡面研磨されたガラス板である。図 3（b）は、研磨剤を含むスラリーをガラス表面に供給しながら処理テープでガラス表面を円周方向に擦ることにより、ガラス表面から内部に向かって圧縮歪みを有する部分が付与されたガラス板の断面を模式的に示す図である。この圧縮歪みを有する部分は、回転するガラス板の表面に処理テープが押し当てられて形成されるので、円周方向に方向性を有している。ガラスの表面およびその表面近傍に形成された永久圧縮歪みを有する部分は、図 3（c）のエッチングの初期段階で示されるように、圧縮歪みがある部分はガラスのエッチング量（深さ）が小さい。さらに図 3（d）に示されるようにエッチングが進行すると、圧縮歪みがある部分とない部分とで、それまでのエッチング性の差により、エッチング量により多くの差が生じ、表面凹凸が形成されたガラス表面が得られる。

## 【 0 0 4 0 】

本発明において、ガラス板を化学的エッチングをする具体的方法としては、エッチング液中に浸漬する方法のほか、エッチング液をシャワー、噴射などの方法でガラス板と接触させるなどの方法を採用することができる。その際に、ゴミや汚れの除去を同時に行うために超音波を印加したり、ブラシで擦っても良い。エッチング液の濃度、温度、時間は適時定められる。一般に、エッチング液の濃度が大きく温度が高いとエッチングレートが大きくなり、作業効率の面で優れるが、その反面表面凹凸の形状の制御性が低下する。通常、エッチング液の濃度は、

弗化水素酸の場合0.001~0.5重量%、珪弗化水素酸の場合0.01~1重量%の範囲で用いるのがよく、これらの両者を混合して用いてもよい。温度は室温~70℃の範囲とするのがよい。

#### 【0041】

エッチング処理を施したガラス板は、純水でリンスした後、乾燥される。その際、純水のリンスに先立ち、市販の中性やアルカリ洗剤でガラス板を洗浄してもよい。リンスの方法も特に限定されず、浸漬あるいは超音波印加状態での浸漬のほか、シャワー、噴射などの方法を適用することができる。また、乾燥方法も限定されず、スピン乾燥やイソプロプルアルコールによる乾燥などが適用することができる。

#### 【0042】

ガラス板上には円周方向に表面凹凸（テクスチャー）を付与し、その後必要な機械的強度を確保するためのガラスの化学強化処理を施しても良い。化学強化処理は、溶融塩中にガラス板を浸漬することで行うことができる。溶融塩は、ガラス中のアルカリイオンよりも大きなイオンを含む溶融塩を用いることができる。そのようなものとして、公知の硝酸カリウムや硝酸ナトリウム、あるいはその混合塩がある。化学強化処理は、ガラス板に表面凹凸を形成する前に実施してもよく後でしてもよい。製造工程が複雑になるのを防ぐためには、テクスチャー処理の後に化学強化処理を行うのが好ましい。

#### 【0043】

テクスチャー処理工程または化学強化処理工程を経た基板は、酸性水溶液およびアルカリ水溶液による洗浄が順次施される。酸性水溶液ではガラス中の一部の成分が溶出し、ガラス骨格成分である二酸化珪素がリッチな状態になる。そのため、その後にアルカリ性水溶液で洗浄すると表面がエッチングされやすくなる。したがって、酸性水溶液とアルカリ性水溶液を組み合わせると、ガラス表面に強固に付着した鉄などの不純物もエッチングによって容易に除去でき、しかもエッチング量を適度に制御する作用も有している。このような相乗作用によって研磨材をほぼ完全に除去することができる。

#### 【0044】

酸性水溶液の種類は特に限定されないが、フッ酸、ケイフッ化水素酸のようなガラスに対するエッチング作用を有するもののほか、硫酸、塩酸、硝酸、スルファミン酸およびリン酸等のような強酸がガラス表面の選択エッチングを促進するので好適である。また、アルカリ水溶液も特に限定されず、水酸化カリウム、水酸化ナトリウム、アンモニア、トリメチルアンモニウムなど水に溶解するアルカリ性物質であれば、いかなるものも用いることができる。また、洗浄効果を高めるために、界面活性剤やキレート剤のほか、アルカリ系の洗剤を添加してもよい。

## 【 0 0 4 5 】

上記の酸およびアルカリの濃度は特に限定されず、鉄などの不純物を除去するのに必要な濃度で適宜選択すればよい。エッチング量をあまり多くするとガラス基板の端部の形状を変化させてしまうおそれが生じるので、エッチング量は 3 nm 以下にするのが好ましい。洗浄時間や洗浄温度も特に限定されず、適宜条件が決定される。通常製造コストを考慮して、洗浄時間を 1 ～ 2 0 分間、洗浄温度を 7 0 °C 以下とするのが好ましい。酸およびアルカリを用いた具体的な洗浄方法やリンス、乾燥法などは、特に限定されず、エッチングと同様の方法を用いることができる。

## 【 0 0 4 6 】

上記により得られた磁気記録媒体用ガラス基板上に少なくとも磁性膜の結晶性を制御するための下地層、磁性層および保護層が順次成膜されて構成される磁気記録膜が被覆されて、磁気記録媒体とされる。磁気記録膜は、必要に応じてガラス板と下地層の間にシード層を設け、また各層についてバッファ層やシールド層を設けた多層構成の膜とすることができる。

## 【 0 0 4 7 】

## 実施例 1

厚み 0.6 mm、外径 65 mm、外径 20 mm のドーナツ状のアルミノシリケートガラス板（組成が  $\text{SiO}_2$  6.0%、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  11.0%、 $\text{Li}_2\text{O}$  8.0%、 $\text{Na}_2\text{O}$  9.1%、 $\text{MgO}$  2.4%、 $\text{CaO}$  3.6%）の主表面を酸化セリウムを含有する研磨剤で鏡面加工を施した。その後、純水シャワーで洗浄し、ドーナ

ツ状のガラス基板の表面に付着した研磨剤を除去した。鏡面研磨したガラス板の表面粗さをAFMで測定した結果、 $Ra = 0.35 \text{ nm}$ であった。続いて、図1に示すテープ研磨の方法により、0.03重量%のダイヤモンドを含むスラリーをガラス基板上に滴下しながら加工痕の付与を行った。その際、ガラス板の回転数を850rpm、ナイロン処理テープの加圧力を $1.3 \text{ kg/cm}^2$ 、送り速度を $1.0 \text{ mm/秒}$ 、処理時間を6秒とした。テープ処理を終えた後、純水シャワーで洗浄し、このガラス板の表面に付着した研磨剤の粗落しを行った。ついで、このガラス板を30℃に保持した0.05重量%の弗化水素酸に、 $48 \text{ kHz}$ 、 $1 \text{ W/cm}^2$ の超音波を照射しながら5分間浸漬し、その後純水浴中に移して十分にリンスした。つづいて、市販の弱アルカリ洗剤中に室温で5分間浸漬した後、純水浴中にガラス板を浸漬してリンスする操作を3回繰り返し、イソプロピルアルコール蒸気中で1分間乾燥させた。得られた磁気記録媒体用ガラス基板のサンプルの $Ra$ をAFM（原子間力顕微鏡）で測定した結果、 $1.2 \text{ nm}$ であることがわかった。また、AFMの測定の結果、図2に示すように同心円状の表面凹凸10が形成されていることが確認できた。

【0048】

## 実施例2

エッチング液を0.3重量%の珪弗化水素酸とした以外は、実施例1と同様にして作製し、磁気記録媒体用ガラス基板のサンプルを得た。この磁気記録媒体用ガラス基板のAFMの測定による $Ra$ の値は $1.3 \text{ nm}$ であり、実施例1とほぼ同様の同心円状の表面凹凸が形成されていることが確認できた。

【0049】

## 実施例3

エッチング液を10重量%の苛性ソーダとし、浸漬温度を70℃にした以外は、実施例2と同様にして、磁気記録媒体用ガラス基板を作製した。実施例1および実施例2で得たサンプルと同様の同心円状の表面凹凸が形成されていることが、AFM観察により確認できた。このサンプルの $Ra$ は $0.5 \text{ nm}$ であり、実施例1あるいは2に比べて小さいものであった。

【0050】

## 実施例 4

エッチング液の浸漬時間を 20 分とした以外は、実施例 3 と同様にして磁気記録媒体用ガラス基板のサンプルを作製した。実施例 1 あるいは 2 と同様、同心円状の表面凹凸を形成することができた。Ra の値は 0.5 nm で、実施例 3 のサンプルと同程度であった。

【0051】

## 実施例 5

実施例 1 で得られた磁気ディスク用ガラス基板の表面に、静止対向型スパッタリング装置を用いて、NiP 膜、クロム膜、CoCrPt 系磁性膜、窒化カーボン保護膜を、それぞれ磷化ニッケル、クロム金属、コバルトクロム白金合金、窒化カーボンをターゲットに用いてアルゴン雰囲気内でのスパッタリング法で順次形成し、その後パーフルオロポリエーテル系の潤滑剤を塗布した。得られた磁気記録媒体の磁気特性を振動試料型磁力計により半径方向および円周方向について保持力を測定した。作製された磁気記録媒体の半径方向の保持力に対する円周方向の保持力の比率は 1.03 であり、円周方向に磁気異方性を有することが確認された。このとき、ヘッドの浮上安定性の指標となる TOH (Take Off height) を測定したところ、6.8 nm であった。なお、TOH の測定法は、磁気記録媒体の回転速度を徐々に下げることによってヘッドの浮上高さを低下させ、同時にヘッド装着したピエゾ信号を検出した際のピエゾからの信号出力が急速に立ち上がる Threshold におけるヘッド浮上高さを示しており、この値が低いほど、より低い浮上量においてもヘッドが安定して浮上することを意味する。

【0052】

## 実施例 6

実施例 1 と同様の方法で作製したテクスチャー付きガラス基板を、380℃に加熱した硝酸カリウム (60 重量%) と硝酸ナトリウム (40 重量%) を混合熔融塩中で 90 分漬けることにより化学強化処理を行った。化学強化処理後 65℃の温水中にガラス基板を漬けて熔融塩をガラス表面から除去した。さらに、40℃に保持した 3% 硫酸中に 48 KHz、1 W/cm<sup>2</sup> の超音波を照射しながら 5

分間ガラス基板を漬け、その後純粋水浴中にリンスした。続いてpHを9.5に調整した水酸化カリウム水溶液中に漬け、実施例1と同様の方法でリンス、乾燥を行い、サンプルを得た。得られたサンプルの主表面のRa値は1.2nmであり、化学強化処理を行っても実施例1と同様の良好なテクスチャー形状が得られた。また、全反射蛍光X線法によって表面に残留する鉄元素の分析を行った結果、検出限界( $1 \times 10^8$ 原子/cm<sup>2</sup>)以下であった。

## 【0053】

## 実施例7

硫酸および水酸化カリウムによる洗浄を省略したほかは、実施例6と同じようにしてガラス基板のサンプルを作製した。このガラス基板のサンプルの主表面に残留する鉄元素の分析を行ったところ、 $5 \times 10^{10}$ 原子/cm<sup>2</sup>と、実施例6より鉄の残留が多かった。

## 【0054】

## 実施例8

研磨加工条件を変更することによって鏡面研磨したガラス基板表面のRaを0.15nmとしたほかは、実施例1と同様の方法によって作製したガラス基板のサンプルを得た。このサンプルの主表面の表面粗さRaをAFMで測定した結果、0.45nmであった。また、半径方向の線密度は15000本/mmであった。この基板を用いて実施例5と同様の方法で磁気記録媒体を作製し、TOHを測定したところ、5.2nmと良好な値であった。

## 【0055】

## 実施例9

フッ酸の濃度を0.3%としたほかは、実施例8と同様の方法で作成したガラス基板のサンプルを得た。このサンプルの主表面の表面粗さRaをAFMで測定したところ、0.73nmであった。また線密度は2000本/mmであった。このサンプルを用いて、実施例5と同様の方法により磁気記録媒体を作製した。得られた磁気記録媒体の保持力の比率は1.01で、実施例8と比較してやや低い値であった。

## 【0056】

## 比較例 1

エッチング処理工程を省いたことを除いて、実施例 1 と同様にして磁気記録媒体用ガラス基板を作製した。得られたガラス基板の  $R_a$  は  $0.35 \text{ nm}$  であった。また、AFM 測定では、円周方向に方向性を有する表面凹凸は確認できなかった。

【0057】

## 比較例 2

平滑に鏡面研磨された  $R_a$  が約  $0.3 \text{ nm}$  であるガラス板上の表面凹凸形状に異方性がないガラス板に、実施例 5 と同じようにして、静止対向型スパッタリング装置を用いてスパッタリング法で順次形成し、その後パーフルオロポリエーテル系の潤滑剤を塗布した。得られた磁気記録媒体の半径方向の保持力に対する円周方向の保持力の比率は  $1.0$  であった。すなわち、磁性膜の膜面方向での磁気異方性は観察されなかった。

【0058】

## 【発明の効果】

本発明の磁気記録媒体の製造方法によれば、円形状に成形されたガラス板の主表面に円周方向に圧縮歪みを有する加工痕を付与した後、その表面を化学的にエッチングする。これにより、ガラス表面に容易に同心円状の微小表面凹凸からなる磁気記録媒体用ガラス基板として好適な表面凹凸（テクスチャー）を形成することができる。

【0059】

また、化学的エッチングを弗化水素酸または珪弗化水素酸またはその両者を含むエッチング液で行うことにより、加工痕を付与した部分と加工痕を付与しない部分との化学的エッチング深さの差を大きくすることができる。

【0060】

また、加工痕を、前記ガラス板の主表面にスラリーを含む処理液を供給しながら処理テープを円周方向に擦ることによって、硬度が大きいガラス板表面に円周方向に方向性を有し、かつ、表面凹凸形成のもとになる加工痕を安価な方法で付与することができる。

【 0 0 6 1 】

また、テクスチャー処理の後に化学強化処理をすることにより、簡素な工程で剛性の高い基板とすることができ、化学強化後に酸およびアルカリの洗浄を施すことにより、テクスチャー形状を変えることなく、高い清浄度のガラス基板を得ることができる。

【 0 0 6 2 】

本発明により得られる円形状に加工された磁気記録媒体用ガラス基板の主表面の凹凸形状は、円周方向に方向性を有しているので、このガラス基上に被覆された磁気記録膜は円周方向に磁気異方性を有する。このため、本発明の磁気記録媒体は、半径方向の保持力に対する円周方向の保持力が大きいので、長時間の使用による磁気記録情報の消失や減衰のない信頼性の高い磁気記録媒体となる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

本発明の円周方向に加工痕をガラス板表面に付与する方法の一実施例の説明図である。

【図 2】

本発明の磁気記録媒体用ガラス基板に形成された円周方向に方向性を有する表面凹凸（テクスチャー）の一実施例を説明する図である。

【図 3】

本発明の永久歪みを有する加工痕の部分で生じる化学的エッチングを説明する図である。

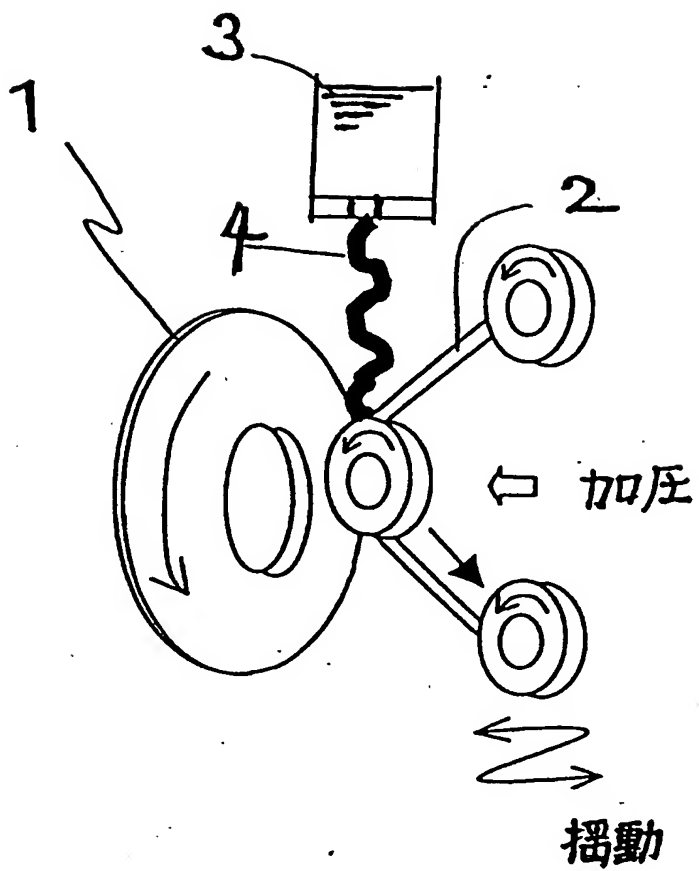
【符号の説明】

1 : ガラス板、 2 : 処理テーブル、 3 : 研磨スラリー供給容器、 4 : 研磨液

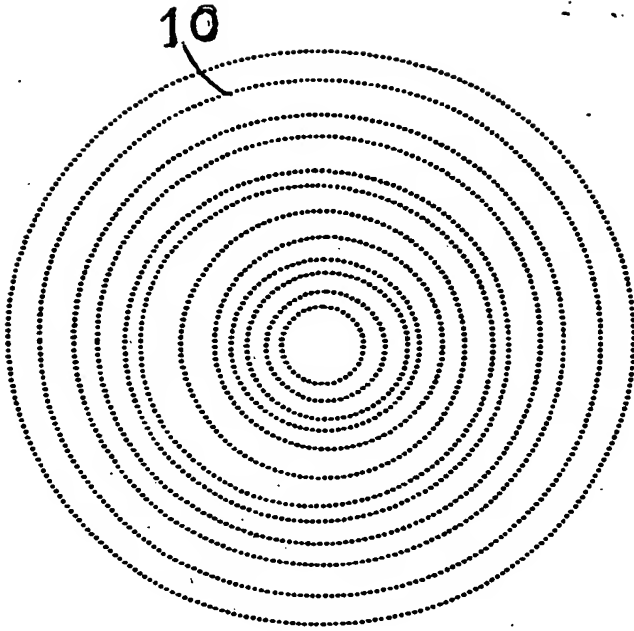
10 : 加工痕

【書類名】 図面

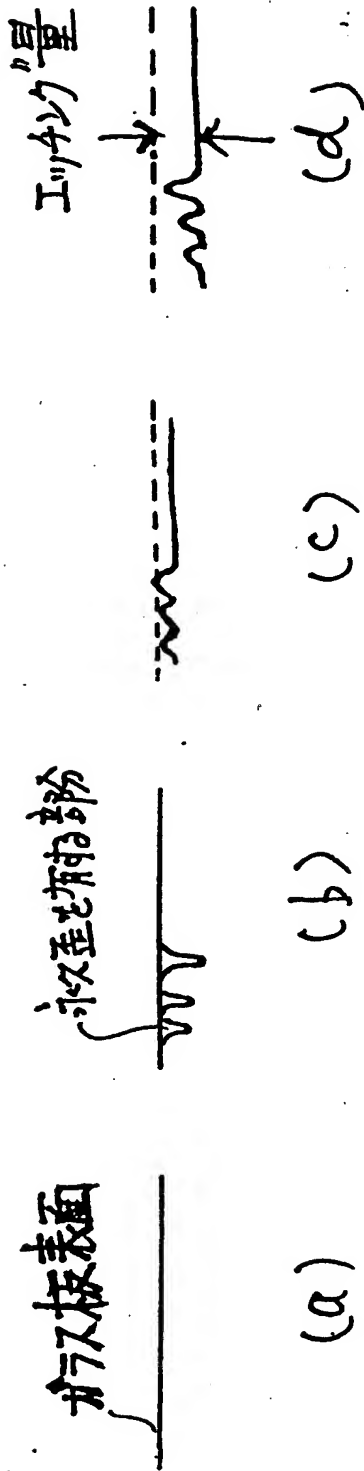
【図1】



【図 2】



【図3】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】

ガラス板表面に直接、機械的または化学的な方法によって、円周方向に方向性を有する表面凹凸（テクスチャー）を形成する従来の技術によれば、微細な表面凹凸を形成することはできなかった。すなわち、磁気ヘッドをより低グライドハイトで駆動でき、かつヘッドの粘着やクラッシュが生じない微細な表面凹凸を有する磁気記録媒体用のガラス基板を製造することは困難であった。

【解決手段】

円形状に成形加工されたガラス板の表面に円周方向に永久歪みを有する加工痕を付与し、その後ガラス板の表面を弗化水素酸あるいは珪弗化水素酸を含むエッチング液でエッチングして、加工痕に基づく表面凹凸からなるテクスチャーを形成する。AFMで測定した表面粗さRaが0.5～1.0nmの円周方向に方向性を有する磁気記録媒体用ガラス基板が得られる。

【選択図】 図1

特 2001-363504

認定・付加情報

特許出願の番号	特願2001-363504
受付番号	50101749702
書類名	特許願
担当官	第八担当上席 0097
作成日	平成13年12月 4日

<認定情報・付加情報>

【提出日】	平成13年11月29日
-------	-------------

次頁無

出 願 人 履 歷 情 報

識別番号 [000004008]

1. 変更年月日 2000年12月14日  
[変更理由] 住所変更  
住 所 大阪府大阪市中央区北浜四丁目7番28号  
氏 名 日本板硝子株式会社